

Über die Molekulardestillation von Schmierölen.

Von Heinrich Tramm und Hanna Buscher, Hauptlaboratorium
der Ruhrchemie A.G., Oberhausen-Holten.

Eine vollständige Zerlegung von synthetischen Ölen und von Schmierölen durch die Vakuumdestillation bei einem Druck bis zu ca 1 mm Hg lässt sich ohne Zersetzung der Öle nicht durchführen. Bereits bei Temperaturen kurz über 300°C tritt eine Spaltung der Produkte ein. Die Untersuchung von hochviskosen synthetischen Ölen, bei denen die Hauptfraktionen vorwiegend hochsiedende Anteile enthalten, führte zu den Versuchen, diese synthetischen Produkte bei einem Druck von 10^{-4} mm Hg zu destillieren. Die praktischen wie auch theoretischen Grundbedingungen für eine derartige Molekulardestillation, einer Destillation ohne Siedevorgang im Hochvakuum, sind in der Literatur¹⁾ genügend beschrieben, so dass hier nicht weiter darauf eingegangen zu werden braucht. Die ersten Versuche wurden im engsten Anschluss an die bereits in der Literatur beschriebenen Molekulardestillationen, wie sie zur Vitamin-, Fett- und Öltrennung gebräuchlich sind²⁾, durchgeführt.

Beschreibung der Versuchs-Apparatur:

Die vorherigen Versuchsergebnisse veranlassten uns verschiedene Änderungen an der bisherigen Molekulardestillations-Apparatur vorzunehmen, um eine kontinuierliche Destillation einer größeren Menge bei verschiedenen Temperaturen mit einer Kolonne schnell ausführen zu können. Für diese Zwecke wurde ein Glaszylinder von bestimmtem Durchmesser (siehe Zeichnung I und II) mit zwei seitlichen Ansatzstutzen für Hochvakuumanschluss 2 einerseits und für die Zufuhr 3 andererseits, der zugleich als Heizfläche diente, verwendet. Dieser Zylinder ist mit einer Schliffkappe 5 versehen. In dem Glaszylinder befindet sich ein Glaskührohr 6.

Die Tatsache, dass eine wahre Molekulardestillation nur im dem idealen Fall erreichbar ist, dass Heiz- und Kühlfläche durch einen unendlich kleinen Abstand voneinander getrennt sind, führte uns dazu, die Flächen in einer möglichst kleinen Abstand zueinander anzuordnen. Für unsere Versuche hat sich der Abstand

von 10 mm für die Destillation am praktischsten erwiesen.

Für eine gleichmäßige Heizung des Glaszylinders sorgte ein elektrisch geheizter, gut isolierter Mantel 7, der um das Außenrohr befestigt war. Die Temperatureinstellung wurde durch einen Eco-Regler gesteuert, der für die Temperaturmessung mit einem Kontaktthermometer (von 0° bis 650°C) verbunden war. Das Thermometer war in der Mitte der Kolonnenwand befestigt. Eine zweite Temperaturübersicht, die sich über die ganze Kolonne erstreckte, wurde mit Hilfe von Thermocoloratippen für den Temperaturbereich von + 60° bis 600°C erreicht. Die verschiedenen Farbtöne wurden auf der äusseren Glasseite der Kolonne in bestimmten Abständen aufgetragen. Durch einen schmalen Fensterstreifen im äusseren elektrisch erwärmten Heizmantel liess sich der Farbumschlag, der der jeweiligen Kolonnentemperatur entsprach, gut beobachten. Zur Kühlung des Innenrohres 8 wurde Pressluft benutzt. Hierdurch wurde ein genügend grosser Temperaturunterschied, von 100° bis 150°C, zwischen Verdampfungs- und Kühlfläche erreicht, um eine Wiederverdampfung von Molekülen an der Kühlfläche zu verhindern.

Da es bei einer Molekulardestillation in erster Linie auf eine äusserst feine Verteilung des Gases ankommt, musste eine Verteilervorrichtung geschaffen werden, die dieser Bedingung möglichst entsprach. Die bisher gebräuchlichste Verteilung des Gases durch einen Silberkonus³⁾ ergab bei uns sehr hochviskosen Gasen, die ja auf die Verteilervorrichtung mit möglichst niedriger Temperatur auftreffen sollen, einen zu dicken Film. Wir haben nun zur Erreichung eines dünnen, gleichmässigen Filmes eine Verteilerscheibe 9 angewandt, die sich in dem äusseren Heizrohr und über dem inneren Glaskühlrohr befand und an einer dünnen Stahlachse 10 befestigt war. Bei den Versuchen wurden Verteilerscheiben von verschiedenen Grössen ausprobiert. Es zeigte sich, dass eine Scheibe von Durchmesser 40mm und der Dicke von 2mm am besten war. Als Lager für die untere Spitze der Achse 11 diente eine zentrisch angebrachte Vertiefung im Glaskühlrohr. Die obere Spitze der Stahlachse ruhte ebenfalls in einem Glaslager 12, das in der Schliffkappe angebracht war. Versuche ergaben, dass eine Lagerung der oberen Spitze nicht unbedingt nötig ist, da bei schnellen Umdrehungen der Scheibe

die Lagerung der unteren Spitze genügt, um die Scheibe mit Achse und Magnet in zentrischer Lage zu halten.

Im oberen Drittel der Achse, innerhalb der Schliffkappe, ist an der Achse ein kleiner Magnet 13 befestigt. Dieser wird durch einen ausserhalb des Glasrohres angebrachten hufeisenförmigen Magneten 14, der mit einem Motor verbunden ist, gesteuert. Die Umdrehungszahl der Verteilerscheibe kann somit bis auf 2000 Umdrehungen pro Minute gesteigert werden. Bei den Versuchen zeigte sich, dass bei dieser Anordnung der Verteilerscheibe die Verteilung des Öles als dünner Film gut war. Um jedoch einen noch besseren Effekt zu erreichen, vor allem um eine vollständig gleichmässige Verteilung des abgeschleuderten Öltropfens zu erzielen, wurde auf der Verteilerscheibe ein Stück Docht 15 befestigt. Der regelmässig abgeschleuderte Öltropfen wird nunmehr sofort gleichmässig auf die Heizfläche als dünner Ölfilm verteilt.

Um eine kontinuierliche Verdampfung des Öles zu erreichen, besonders um in der Lage zu sein, das Öl mehrfach bei der gleichen Temperatur über die Kolonne zu schicken, wird vom Vorratsgefäss 16 aus das Öl mit Hilfe einer elektro-magnetischen Umlaufpumpe (siehe Zeichnung III) der Destillations-Kolonne zugeführt⁴). Die Umlaufpumpe besteht aus einem kleinen zylindrischen Metallstück 18 mit Kugelschluss. Der Zylinder ruht in einem Glasrohr 17, das mit dem Ölzuleitungsrohr 18, welches zur Kolonne führt, verbunden ist. Ein zweiter Anschluss des Glasrohres 19 führt zum Vorratsgefäss 16. Als Abschluss zwischen Glas- und Ölzuleitungsrohr dient eine kleine Stahlkugel 2). Mit Hilfe eines selbstgewickelten Elektro-Magneten wird der Metallzylinder bei Stromschluss aufwärts-bewegt, bei Stromunterbrechung fällt er wieder in die Ruhelage zurück. Durch diese Hubwirkung gelangt das Öl aus dem Vorratsgefäss über die Pumpe in das Ölzuleitungsrohr und von hier in die Kolonne. Die Steuerung des Elektro-Magneten wird mit einem Quecksilber-Regler (siehe Zeichnung IV) ausgeführt. Zum Auffangen des jeweiligen Destillates ist am unteren Ende

des Glaskühlschrotes eine Fasse 22 angebracht. Von hier aus werden die Destillate über ein rundes Glasgefäß 23 in verschiedene Auffanggefäße gesammelt. Der Rücklauf fließt ebenfalls in ein Auffanggefäß 24, das aber mit der Heizkolonne verbunden ist. Von hier aus kann der Rücklauf des Vorratsgefäßes 16 wieder zugeführt werden. Beide Gefäße haben Kugelform und können durch einen Hahn 25 voneinander abgeschlossen werden. Das Gefäß 24 für den Rücklauf und das Glasgefäß 23 vor den Destillationsauffanggefäßen sind durch Kugelverschlüsse 26 miteinander verbunden. Diese Kugel, die von aussen durch einen beweglichen Elektro-Magneten in die jeweils gewünschte Stellung gebracht wird, läßt sich zugleich als Verschluss zu den Destillationsauffanggefäßen verwenden. Durch diese Verbindung ist es möglich, die bei der Entlüftung des Öles evtl. anfallenden Destillate dem Kreislauf wieder zuzuführen.

Als Auffanggefäße 27 für die Destillate dienen 5 graduierte Gefäße a 100 ccm, die sich in einem hochvakuumdichten Exsikkator 28 befinden. Mittels einer Drehvorrichtung 29 im Deckel des Exsikkators lassen sich die Gefäße wechseln. Später wurde, um auch während der Destillation selbst die anfallenden Destillate für eine Untersuchung oder die Gefäße für eine Entleerung herausnehmen zu können, zwischen dem Exsikkator und dem Glasgefäß 23 ein zweites Glasgefäß 30 angebracht. Dieses kann durch einen Hahn 31 von dem Exsikkator abgeschlossen werden. Um eine Bruchgefahr, die bei einer derartigen Anordnung leicht eintreten kann, auszuschalten, wurde zwischen dem Exsikkator und dem

zweiten Glasgefäß eine Rohrbrücke eingebaut. Während des Wechsels dient das zweite Gefäß als Destillationsauffanggefäß.

Das Vorratsgefäß trägt seitwärts einen Kapillarahn 33. Er dient einmal zum Einlassen des Öles. Sodann können am Schluss einer Destillation durch diesen Hahn kleine Mengen von reinem Stickstoff eingelassen und hierdurch das noch in der Umlaufpumpe und dem Glanzleitungerohr befindliche Öl der Kolonne zugeführt werden. Auf diese Weise läßt sich ein geringer Rückstand, Brightstock,

des Oles erhalten.

Für die praktische Durchführung einer verdampfungs-De- stillation ist ein Druck von 10^{-4} mm Hg Bedingung. Nur bei diesem Grenz- druck ist der stationäre Druck der Fremdmoleküle klein im Ver- gleich zu dem Dampfdruck der destillierenden Moleküle. Prak- tisch bietet das Aufrechterhalten eines stationären Gasdruckes von ca 10^{-4} mm Hg in dem freien Raum und somit ein Dampfdruck der destillierenden Moleküle von ca 10^{-3} mm Hg keine Schwierig- keiten. Wir haben bei unsern Versuchen zur Erreichung eines Hochvakuums von mindertens 10^{-4} mm Hg eine dreistufige Metall- Quecksilber-Diffusionsluftpumpe, Modell nach Gaede-Volmer der Firma Leybold, oder auch eine gewöhnliche dreistufige Glas- Quecksilber-Diffusionspumpe 34 benutzt. Als Vorvakuumpumpe dien- te eine Gasballastpumpe 35 von der Firma Leybold.

Zwischen der Kolonne und der Hg-Pumpe war ein Glasgefäß 36 zum Kondensieren für die bei der Destillation evt. auftreten- den sehr leichtflüchtigen Bestandteile oder Dämpfe angebracht, dem zwei mit Aktiv-Kohle gefüllte Gefäße folgten. Das eine Akti- v-Kohle-Gefäß 37 sollte zur Absorption von nicht kondensier- ten Alddämpfen dienen (die nach Schluss der Destillation aus der Kohle abgetrieben und bestimmt wurden). Das zweite Akti- v-Kohle-Gefäß 38 war als Falle für die Quecksilberdämpfe gedacht. Alle drei Gefäße wurden während des Versuches durch ein Bad mit flüssiger Luft gekühlt. Augenblicklich sind Versuche im Gange, eine Aufrechterhaltung des Hochvakuums während des Versuches durch Getterung der Apparatur zu erreichen. Doch wird hierüber noch später berichtet werden.

Eine Absolutdruckmessung im Gebiet der Hochvakua ist sehr schwie- rig und nur mit sehr teuren und empfindlichen Instrumenten mög- lich, z.B. mit dem Molvakumeter nach Gaede. Nun ist aber nach Erreichung eines gewissen Vakuums, nämlich wenn die freie Weg- länge der Molekel in die Apparatur-Dimension hineinreicht, eine weitere Druckreduktion nicht mehr unbedingt nötig, um eine Mole- kular-Destillation im Prinzip durchführen zu können. Es genügt nun diesen Grenzdruck von 10^{-4} mm Hg festzustellen. Wir haben für diesen Zweck an unsere Kolonne ein Mac-Leod-Manometer 39

angeschlossen, das Drucke bis zu 10^{-5} mm Hg zu messen gestattet.
Ausführung der Versuche:

Durch Einschalten der Vorvakuumpumpe wurde in der leeren Appa-
ratur ein Vakuum von ca 3 mm Hg erreicht. Eine genau abgewogene
Menge Öl (durchschnittlich 1 Liter) wurde durch den seitlichen
Ansatzhahn an Vorratsgefäße eingesaugt und bei diesem Druck vor-
entlüftet. Nach der Vorentlüftung wurde durch Einschalten der
Quecksilber-Diffusionspumpe das Öl weiter entlüftet. Zur entgü-
tigen Entlüftung des Öles wurde die Kolonne schwach erwärmt (ca
auf 50° bis 60° C), nachdem bereits vor der Erwärmung, aber nach
der Vorentlüftung, unter das Kondensgefäß und unter die Aktiv-
Kohle-Gefäße je ein Bad mit flüssiger Luft gestellt wurde. Beim
Einschalten der Heizung muss zugleich die Kühlfläche durch einen
starken Luftstrom gekühlt werden. Das Vakuum in der Apparatur
beträgt nunmehr ca 10^{-3} mm Hg. Während der ganzen Entlüftungszeit
förder t die Umlaufpumpe das Öl aus dem Vorratsgefäß über das
Ölzuleitungsrohr in die Kolonne auf die Verteilerscheibe, die
durch schnelle Umdrehungen (durchschnittlich 1000 U/M)-für ei-
ne gute Verteilung und somit Entlüftung des Öles sorgt. Das ent-
lüftete Öl fließt durch das Rücklaufgefäß in den Vorratsbe-
hälter zurück. Ebenfalls kann man das anfallende Destillat durch
Wechseln des Kugelschlusses in das Rücklaufgefäß und von hier
in das Vorratsgefäß zurückführen.

Nach der vollständigen Entlüftung des Öles und somit nach der
Erreichung eines Hochvakuum von mindestens 10^{-4} mm Hg wird die
Kolonne auf die vorgesehene Temperatur, nehmen wir 120° C an, ge-
bracht. Der Ölzufluss zur Kolonne hin wird durch die Pumpe so ge-
regelt, dass ein sehr dünner Film auf die Heizfläche aufällt.

Die verdampften Moleküle gelangen zur Kühlfläche und werden so-
fort kondensiert. Das Destillat sammelt sich in der Fasse am un-
teren Ende des Kühlzylinders und gelangt von hier über das runde
Glasgefäß, durch das zweite Gefäß in die Auffanggefäße im Ex-
sikkator. Der Rücklauf, also das bei der Kolonnentemperatur
nicht kondensierte verdampfte Öl, fließt in den Rücklaufbehälter,
erst nachdem alles Öl aus dem Vorratsbehälter die Kolonne pas-
siert hat, wird der Rücklauf durch Öffnen des Abschlussahnes
zwischen Rücklauf- und Vorratsgefäß in letzteres zurückgeleitet.

Von hier aus wird das Öl so oft bei der gleichen Temperatur über die Kolonne geschickt, bis kein Destillat mehr anfällt oder bis zu einem bestimmten Prozentsatz Destillat bei dieser Temperatur. Da die Verdampfung einer grösseren Ölmenge bei der gleichen Temperatur längere Zeit in Anspruch nimmt, übt die Temperaturschwankung der Kolonne, die ca 2°C beträgt, auf das Endresultat der Destillation keinen merklichen Einfluss aus. Nachdem kein weiteres Destillat mehr anfällt, wird die Temperatur der Kolonne um weitere 30°C gesteigert, also das Öl bei 150°C destilliert. So wird die Kolonntemperatur nach dem fast quantitativen Übergang eines Destillates von 30°C zu 30°C gesteigert bis die zurückbleibende Ölmenge für einen weiteren Destillationskreislauf zu gering wird, oder eine derart hohe Verdampfungstemperatur angewandt werden müsste (über 480°C), dass eine Spaltung des Restöles eintritt. Selbstverständlich können die Temperaturintervalle auch grösser, von 50° zu 50°C oder von 100° zu 100°C genommen werden. Durch diese Verdampfungsweise lassen sich mehrere Fraktionen eines Oles von verschiedenen Temperaturbereichen, aber unter den gleichen Druckverhältnissen erhalten. Die Untersuchung und das Verhalten dieser verhältnismässig kleinen Fraktionschnitte erleichtern sehr eine Beurteilung des Gesamtöles, zumal man bei der Rekonstruktion des Oles einzelne Fraktionen weglassen oder in einem anderen Verhältnis als dem ursprünglichen mischen kann.

Um das Restöl am Ende einer Gesamtdestillation, das mengenmässig für einen Kreislauf zu wenig ist, auch noch der Kolonne zuführen zu können, zieht man durch den seitlichen Ansatzhehn des Vorratsgefässes reines, kleine Mengen Stickstoff ein. Dieser drückt das Öl, das sich noch in der Umlaufpumpe und im Ölaufflussrohr befindet, in die Kolonne. Auf diese Weise kann man den Brightstock eines Oles noch bis auf 10% vom Gesamtprodukt vermindern. Bei Versuchen, das Öl während einer Gesamtdestillation statt durch die Umlaufpumpe mit Stickstoff zur Heizkolonne hinzuführen liess sich der stationäre Druck von mindestens 10⁻⁴ mm Hg in der Apparatur nicht halten.

Die bei der Verdampfung eines Oles evtl. entstehende Dämpfe ge-

gelangen durch die Leitung für den Hochvakuumanschluss in das mit flüssiger Luft gefüllte Kondensationsgefäß und werden hier kondensiert, resp. im anschließenden tiefgekühlten Aktiv-Kohle-Gefäß absorbiert. Bei all unseren Versuchen war der Prozentsatz an Kondensat sehr gering. Er betrug in Höchsthöhe einige Kubikzentimeter.

Da eine Erwärmung des oberen Kolonnenanteiles und der Schlickkappe mit dem Vorgehen durch Reibe-, aufsteigende Dampf zu vermeiden, ist über diesem Teil der Kolonne ein kleiner Schutzmantel aus Blech angebracht, der durch Luft strömt wird.

Versuchsergebnisse:

Zur Kontrolle der Arbeitsweise der Apparatur, sowie um festzustellen, wie sich Öl sich unter variablen Versuchsbedingungen verhält, wurden eine Anzahl Versuche durchgeführt, die im Folgenden kurz beschrieben werden. Über die vollständige analytische und physikalische Auswertung der Ergebnisse wie auch über das Verhalten der Öle in der Praxis auf Grund einer Destillation wird später einmal in andrer Stelle berichtet werden, da die Arbeiten hierüber noch nicht abgeschlossen sind.

Minischmieröl mit der Ausgangsviskosität von $V_{50} = 14,2^{\circ}$ wurde bei 200° , 250° , 300° und 400° C destilliert, aber für jede Destillation eine neue Flawage des gleichen Ausgangsöles genommen. Die Fraktion bis 200° C wurde wieder mit dem Rückstand über 200° C vereinigt. Die Viskosität wie auch der Flammpunkt ergeben innerhalb der Fehlerquelle die gleichen Werte wie das Ausgangsöl. Genauso wurde mit den Fraktionen von 250° , 300° und 400° C und den dazu gehörenden Rückständen verfahren. Auch hier waren die Zähigkeiten und Flammpunkte der Mischprodukte gleich denen des Ausgangsöles, siehe Tabelle I. Es hatte also keine Zersetzung des Öles bei der Verdampfung stattgefunden.

Tabelle I.

Ausgangsoil: $V_{50} = 14,2^{\circ}\text{E}$,

Flammpunkt = 253°C -

Destillations- anteil	Gewichts- prozent	Destillations- Verlust in %	V_{50} in $^{\circ}\text{E}$	Flammpunkt in $^{\circ}\text{C}$
Fraktion bis 200°C	14,8	0,2	2,6	209
Rückstand über 200°C	85,0		20,0	302
Mischprodukt	---	---	13,8	252
Fraktion bis 250°C	26,0	1,0	3,9	223
Rückstand über 250°C	73,0		24,5	314
Mischprodukt	---	---	14,8	258
Fraktion bis 300°C	45,5	0,8	6,0	232
Rückstand über 300°C	53,7		26,4	296
Mischprodukt	---	---	14,4	250
Fraktion bis 400°C	61,0	0,2	7,0	242
Rückstand über 400°C	38,8		44,0	342
Mischprodukt	---	---	14,0	255

Das für den vorhergehenden Versuch verwandte Schmieröl wurde durch eine Gesamtdestillation in 2 Fraktionen von 0° bis 300° , von 300° bis 400° und dem Rückstand über 400°C zerlegt. Die Destillate und der Rückstand wurden gemäß ihrem prozentualen Anteil bei der Destillation gemischt. Das Mischprodukt ergab die Werte vom Ausgangsoil.

Tabelle II.

Destillations- anteil	Gewichts- prozent	Destillations- Verlust in %	V_{50} in $^{\circ}\text{E}$	Flammpunkt in $^{\circ}\text{C}$
Fraktion bis 300°C	32,6		4,4	225
Fraktion von 300° - 400°C	34,0	1,3	15,6	307
Rückstand über 400°C	32,1		49,0	325
Mischprodukt	---	---	14,8	248

Ein Schmieröl von prozentual bekannter Zusammensetzung wurde durch die Destillation in seine Bestandteile zerlegt. Auch hier ergeben Destillat und Rückstand in ihrem Prozentgehalt, wie auch das Mischprodukt für die Viskosität und den Flammpunkt Werte, die mit den Zahlen von Ausgangsöl verglichen, noch durchaus als befriedigend bezeichnet werden können.

Tabelle III.

Ölzusammensetzung vor der Destillation:

Ölzusammensetzung nach der Destillation:

Von 0° bis 300° sied. Anteile = 45,0%	Von 0° bis 300° sied. Anteile = 46,5%
Rückstand über 300° = 55,0%	Rückstand über 300° = 52,5%
Ausgangsöl: $V_{50} = 15,2^{0F}$	Mischprodukt: $V_{50} = 14,7^{0F}$
Flammpunkt = 249°C	Flammpunkt = 251°C

Aus einem synthetischen Schmieröl sollten durch die Molekulardestillation Öle von bestimmter Zähigkeit hergestellt werden. Aus diesen Ölen müssten durch weitere Mischungen von Destillaten, Mischungen und Rückständen untereinander je 3 Öle von gleichen Dichten, Viskositäten, Polhöhen und Stockpunkten erhalten werden. Die Fraktionen wurden von 50° zu 50°C abgenommen und der Rückstand nochmals im Hochvakuum einer Destillation unterworfen.

Tabelle IV.

Destillationsergebnis:

Fraktion von:	Dichte D_{20}	V_{50} in °F	V. P. H.	Flammp. in °C	Stockp. in °C	Gew. %
0° bis 80°C	---	2,1	---	---	---	5,0
80° " 130°C	0,838	2,5	1,65	201	-67	19,0
130° " 180°C	0,849	6,4	1,67	246	-54	32,0
180° " 210°C	0,855	11,4	1,73	286	---	16,0
Rückstand über 210°C	---	37,6	---	---	---	28,0
Ausgangsöl	0,851	7,8	1,69	228	-52	---

Destillation des Rückstandes. Ergebnis:

Fraktion von	Dichte D_{20}	V_{50} in $^{\circ}E$	V.P.H.	Fluamp. in $^{\circ}C$	Stockp. in $^{\circ}C$	Gew. %
0 $^{\circ}$ bis 100 $^{\circ}$	---	---	---	---	---	2,3
100 $^{\circ}$ " 150 $^{\circ}$	---	---	---	---	---	1,7
150 $^{\circ}$ " 200 $^{\circ}$	0,857	15,6	1,75	307	-40	21,0
200 $^{\circ}$ " 250 $^{\circ}$	0,862	33,9	1,75	326	-33	45,0
Rückstand über 250 $^{\circ}$	0,869	102,6	1,75	332	-17	30,0

Aus den erhaltenen Fraktionen wurden einm. Öle mit der Zähigkeit bei 50 $^{\circ}C$ von 2,5 $^{\circ}E$, 4,0 $^{\circ}E$, 10,0 $^{\circ}E$ und 25,0 $^{\circ}E$ hergestellt.

- Ferner wurde a) ein 4,0 $^{\circ}E$ -Öl aus einem 2,5 $^{\circ}E$ -Öl + 25,0 $^{\circ}E$ -Öl und aus einem 2,5 $^{\circ}E$ -Öl + Rückstand-Öl,
b) ein 10,0 $^{\circ}E$ -Öl aus einem 4,0 $^{\circ}E$ -Öl + 25,0 $^{\circ}E$ -Öl und aus einem 4,0 $^{\circ}E$ -Öl + Rückstand-Öl,
c) ein 25,0 $^{\circ}E$ -Öl aus einem 10,0 $^{\circ}E$ -Öl + Rückstand-Öl hergestellt.

Mischprodukte:

Ölmischung	Dichte D_{20}	V_{50} in $^{\circ}E$	VPH	Flpkt. in $^{\circ}C$	Stpkt. in $^{\circ}C$	Bemerkung	V_{50} in $^{\circ}E$
2,5 $^{\circ}E$ -Öl + 6,4 $^{\circ}E$ -Öl	0,844	3,9	1,67	221	-55	Dest. + Dest.	4,0
2,5 $^{\circ}$ " + 25,2 $^{\circ}$ "	0,845	4,1	1,65	205	-55	" + Misch.	4,0
2,5 $^{\circ}$ " + 102,5 $^{\circ}$ "	0,845	4,2	1,58	202	-55	" + Rückst.	4,0
6,4 $^{\circ}$ " + 15,6 $^{\circ}$ "	0,853	9,7	1,75	267	-45	Dest. + Dest.	10,0
3,9 $^{\circ}$ " + 25,2 $^{\circ}$ "	0,852	9,8	1,67	238	-43	Misch. + Misch.	10,0
3,9 $^{\circ}$ " + 102,6 $^{\circ}$ "	0,852	10,1	1,64	220	-46	" + Rückst.	10,0
15,6 $^{\circ}$ " + 33,9 $^{\circ}$ "	0,861	25,2	1,72	303	-33	Dest. + Dest.	25,0
9,7 $^{\circ}$ " + 102,6 $^{\circ}$ "	0,860	24,0	1,62	280	-37	Misch. + Rückst.	25,0

Wie die Tabelle lehrt, geben die entsprechenden Mischprodukte die gleichen Werte. Die molekular-destillation zeigt hier, dass sich aus einem einmigen Produkt die fast jeder beliebigen Viskosität herstellen lassen, selbst Öle mit derart hohen Zähigkeitswerten, wie sie sonst ohne Zusatzmittel nicht zu erreichen sind.

Als weiteres intrasämenter Destillations-Beispiel führen wir noch die Destillation eines hochviskosen Schmieröls mit einer Zähigkeit von ca 50^oE bei 50^oC an:

Tabelle V.

Fraktion von:	Dichte D ₂₀	V ₅₀ in ^o E	V.P.H.	Plamp. in ^o C	Stockp. in ^o C	Gew. %
0 ^o bis 220 ^o C	0,862	22,2	1,83	308	-29	17,0
220 ^o " 250 ^o "	0,863	30,5	1,81	328	-27	31,1
250 ^o " 280 ^o "	0,864	47,0	1,79	321	-27	23,3
280 ^o " 310 ^o "	0,866	73,0	1,76	335	-16	12,2
Rückst. über 310 ^o "	0,869	165,0	1,74	338	-6	16,4
Ausgangsstl.	0,864	48,0	1,73	325	-20	---

Ferner wurden mehrere Öle zum Vergleich mit der Molekular-Destillations-Apparatur in anderen Vakuumdestillations-Apparaten z.B. der Glasapparatur und Burgi-Apparatur, zerlegt. In diesem Falle wurde die Destillation in der Kurzweg-Destillations-Apparatur den Destillationsbedingungen in den anderen Kolonnen angeglichen, und die Trennung erfolgte nach bestimmtem Prozentsatz Destillat. Destillationsverlauf eines 6,8^oE-Öles in der:

a). Glasapparatur.

Tabelle VI.

Temperatur in ^o C	%-Destillat	V ₅₀ in ^o E	Σ %-Destillat	Σ V ₅₀ in ^o E
von 0 bis 215	10,0	1,6	10,0	1,6
215 " 230	9,1	2,1	19,1	1,8
" 230 " 245	8,1	2,9	27,2	2,0
" 245 " 255	8,6	3,9	35,8	2,3
" 255 " 265	6,5	4,5	42,3	2,5
" 265 " 278	6,0	5,3	48,3	2,7
Ausgangsstl.		6,8	100,0	6,8
	%-Rückstand	V ₅₀ deg Rück. in ^o E	100%-Ausgangsstl. -Destillat	V ₅₀ deg Rück. in ^o E
Über 215	90,0	9,1	90,0	9,1
" 230	80,9	11,9	80,9	11,9
" 245	72,8	14,2	72,8	14,2
" 255	64,2	16,6	64,2	16,6
" 265	57,7	20,5	57,7	20,5
" 278	51,7	23,0	51,7	23,0

b). Lurgi-Apparatur.

Tabelle VII.

Temperatur in °C		%-Destillat	V ₅₀ in °E	Σ %-Destillat	Σ V ₅₀ in °E
von	0 bis 230	10,0	1,6	10,0	1,6
"	230 " 260	12,0	2,2	22,0	1,9
"	260 " 275	10,0	3,0	32,0	2,1
"	275 " 290	11,0	4,1	43,0	2,4
"	290 " 300	10,0	6,2	53,0	2,8
1."	300 " 325	17,0	8,6	70,0	3,4
2."	300 " 325	6,5	8,9	76,5	3,5
		%Rückstand	V ₅₀ deg Rück. in °E	100%-Ausgangsgöl -Destillat	V ₅₀ deg Rück. in °E
über	230	90,0	8,6	90,0	8,6
"	260	78,0	11,0	78,0	11,0
"	275	68,0	13,8	68,0	13,8
"	290	57,0	17,6	57,0	17,6
"	300	47,0	23,0	47,0	23,0
1."	325	30,0	43,5	30,0	43,5
2."	325	23,5	51,0	23,5	51,0

c). Molekular-Destillations-Apparatur.

Tabelle VIII.

Temperatur in °C		%-Destillat	V ₅₀ in °E	Σ %-Destillat	Σ V ₅₀ in °E
von	0 bis 100	7,6	1,7	7,6	1,67
"	0 " 100	8,2	1,9	15,8	1,79
"	0 " 100	8,2	2,2	24,0	1,97
"	0 bis 100 u. 100 bis 130	7,7	3,0	31,7	2,1
von	100 bis 130	7,9	3,8	39,6	2,3
"	100 " 130	8,0	4,3	47,6	2,5
"	100 " 130	8,1	6,4	55,7	2,8
von	130 bis 160	8,1	9,9	63,8	3,2
"	130 " 160	8,3	11,1	72,1	3,6
von	160 bis 190	4,9	18,1	77,0	4,0
		Ausgangsgöl	6,8	100,0	6,8
Rückst. über	190	23,0	54,0	23,0	54,0

Temperatur in °C	%-Rückstand	V ₅₀ des Rück. in n.	100% Ausgangsöl - Destillat	V ₅₀ des Rück. in n.
Über 100	92,4	8,1	92,4	8,1
" 100	84,2	10,0	84,2	10,0
" 100	76,0	12,6	76,0	12,6
" 100 u. 130	68,3	15,0	68,3	15,0
Über 130	60,4	18,5	60,4	18,5
" 130	52,4	24,1	52,4	24,1
" 130	44,3	30,5	44,3	30,5
Über 160	36,2	38,0	36,2	38,0
" 160	27,9	47,0	27,9	47,0
Über 190	23,0	54,0	23,0	54,0

Betrachtet man den ζ -Gehalt Destillat und die mittlere Destillations-temperatur bei den Versuchen in den verschiedenen Destilla-tions-Apparaten so tritt die große Überlegenheit der Molekular-Destillation gegenüber den anderen Destillationen stark hervor (siehe Kurvenblatt). Die Darstellung zeigt, dass es möglich ist in der Molekular-Destillations-Apparatur z. B. von unserem 6,5°S-Öl 70% bei einer Temperatur von 145°C abzudestillieren, während zur Erreichung des gleichen Resultates in der Lurgi-Apparatur die Temperatur bis 310°C gesteigert werden musste. Die Glas-Apparatur ähnelt in ihrer Arbeitsweise der Lurgi-Apparatur.

In den oben angeführten Tabellen wird mit dem Ausdruck ζ -Destil-lat in Spalte IV oben die Summe der Destillationsanteile bis zu der entsprechenden Temperatur bezeichnet. Mit ζ V₅₀ in Spalte V haben wir die Gesamtheit der Summe der Destillationsanteile bis zu jeweiligen Temperatur angegeben. Unter Rückstand Spalte II ver- stehen wir den Destillationsanteil der bei der entsprechenden Tem- peratur zurückbleibenden Rückstände. Diese Rückstände entsprechen zugleich 100% Ausgangsöl minus ζ Destillat von Spalte IV unten. Die in Spalte IV angegebenen Rückstände anteilmäßig gemischt mit den- demzugehörigen Destillaten bilden immer ein Öl von der Viskosität des Ausgangsöles ergeben. Die in den Tabellen experimentell gefun- denen Werte sind in guter Übereinstimmung mit den entsprechenden Werten, die nach dem Ubbelohde'schen Viskositäts-Temp.-Blatt zu erwarten sind.

Wir haben die erhaltenen Werte der Spalten IV u. V graphisch dar- gestellt (siehe Kurvenblatt). Auf der Abszisse wurden im Ubbeloh- de'schen Masstab die ζ -Destillat aus Spalte IV aufgetragen und zwar bis zu 100 % ansteigend und abschließend die Rückstände in umgekehrter Reihenfolge. Auf der Ordinate wurden im glei- chen Masstab die Werte für ζ V₅₀ aus Spalte V eingetragen.

Die Aufzeichnung ergibt für die entsprechenden Werte der verschiedenen Versuchsanordnungen drei Linien, die fast den Verlauf einer zu erwartenden Geraden annehmen. Wir haben die theoretische Gerade der besseren Übersicht wegen mit-eingezeichnet. Der Neigungswinkel der Geraden zur Abszisse resp. zur Ordinate hin ist unabhängig von der Apparatur, sondern nur abhängig vom Öl. Die Linie einer reinen Kernfraktion würde also parallel zur Abszisse verlaufen. Theoretisch müsste eine Linie, die parallel zur Ordinate verläuft, durch den 100°-Punkt der Abszisse gehen, und einem Öl entsprechen, das alle Bestandteile im gesamten Viskositätsbereich enthält. Da die Destillationspunkte von Ölen nach dem vorher Gesagten auf einer Geraden liegen müssen, genügt zur Feststellung der Destillationsrichtung einer Kurve die Bestimmung eines Destillates und des dazugehörigen Rückstandes.

Um einen Einblick in die Alterungsvorgänge von Ölen zu gewinnen wurden künstlich gealterte Öle destilliert. Doch sind die Arbeiten hierüber noch nicht abgeschlossen und werden wir später an anderer Stelle darüber berichten.

Zum Schluss führen wir noch kurz einige Vergleichsdestillationen von Ölen verschiedener Herkunft an:

Tabelle IX. Spindelöl.

Fraktion von:	Dichte D ₂₀	V ₅₀ in °F	V.P.H.	Flammp. in °C	Stockp. in °C	Gew.-%
0° bis 150°	0,830	1,7	1,51	180	-61	35,0
150° " 200°	0,841	2,6	1,57	206	-60	48,0
Rückst. über 200°	0,863	11,8	1,82	267	-34	17,0
Ausgangsöl	0,804	2,5	1,97	197	-59	---

Tabelle X. Motorenöl (kein Syntheseprodukt).

Fraktion von:	Dichte D ₂₀	V ₅₀ in °F	V.P.H.	Flammp. in °C	Stockp. in °C	Gew.-%
0° bis 100°	0,909	3,4	3,2%	193	-58	12,3
100° " 150°	0,911	9,5	3,00	226	-30	67,3
Rückst. über 150°	0,910	23,9	2,37	275	-22	20,4
Ausgangsöl	0,911	9,5	2,90	227	-29	---

Tablelle XI. Motorenöl (Synthese-Produkt).

Fraktion von:	Dichte D ₂₀	V ₅₀ in°	V.P.H.	Flammp. in°C	Stokkp. in°C	Gew.-%
0° bis 100°	0,846	3,9	1,42	---	---	1,0
100° " 150°	0,845	4,6	1,53	265	-43	20,0
150° " 200°	0,851	8,7	1,56	294	-47	20,5
200° " 250°	0,857	17,2	1,55	328	-39	23,0
250° " 300°	0,862	33,4	1,58	346	-34	15,0
Rückst. über 300°	0,868	92,0	1,57	350	-25	22,5
Ausgangsöl:	---	16,6	1,53	295	-42	---

Tablelle XII. Motorenöl (Synthese-Öl und Mineralöl).

Fraktion von:	Dichte D ₂₀	V ₅₀ in°	V.P.H.	Flammp. in°C	Stokkp. in°C	Gew.-%
0° bis 100°	0,825	1,8	1,78	178	-58	7,3
100° " 150°	0,873	3,8	2,20	210	-42	32,0
150° " 200°	0,875	8,3	2,16	247	-40	26,0
200° " 250°	0,873	15,5	1,98	285	-34	8,5
Rückst. über 250°	0,878	33,5	1,87	320	-23	26,2
Ausgangsöl:	0,872	7,9	1,97	220	-43	---

Tablelle XIII. Shell-Öl (Aero leicht).

Fraktion von:	Dichte D ₂₀	V ₅₀ in°	V.P.H.	Flammp. in°C	Stokkp. in°C	Gew.-%
0° bis 100°	0,904	2,9	2,73	176	-46	18,0
100° " 150°	0,912	9,5	3,00	222	-33	58,0
Rückst. über 150°	0,914	67,1	1,74	271	-16	24,0
Ausgangsöl:	0,911	11,7	2,33	216	-34	---

Tablelle XIV. Shell-Öl (Aero schwer).

Fraktion von:	Dichte D ₂₀	V ₅₀ in°	V.P.H.	Flammp. in°C	Stokkp. in°C	Gew.-%
0° bis 150°	0,908	7,7	2,84	221	-30	38,0
150° " 200°	0,892	14,3	2,25	272	-20	30,0
Rückst. über 200°	0,906	99,0	1,68	316	-13	32,0
Ausgangsöl:	0,906	22,7	1,95	247	-24	---

Zusammenfassung:

Aus den bisher angeführten Destillations-Beispielen lässt sich die mannigfaltige Gebrauchsmöglichkeit der Molekular-Destillations-Apparatur auch für Schmieröle erkennen. Die Untersuchung und

Weiterverarbeitung der einzelnen Fraktionen ergeben interessante Schlüsse auf die Zusammensetzung und das Verhalten eines Mies insgesamt wie auch der Destillate. Später werden wir auch hierüber Mitteilungen bekannt geben.

An der Ausführung der Arbeit hat auch Herr Dipl.-Ing. Dietrich während seiner kurzen hierseins Anteil genommen, die war in Ihren weiteren Ausführungen, besonders nach analytisch-physikalischer Seite hin, als Doktor-Arbeit für Herrn Dietrich gedacht. Leider machte die militärische Einberufung seinen Arbeiten vorläufig ein Ende.

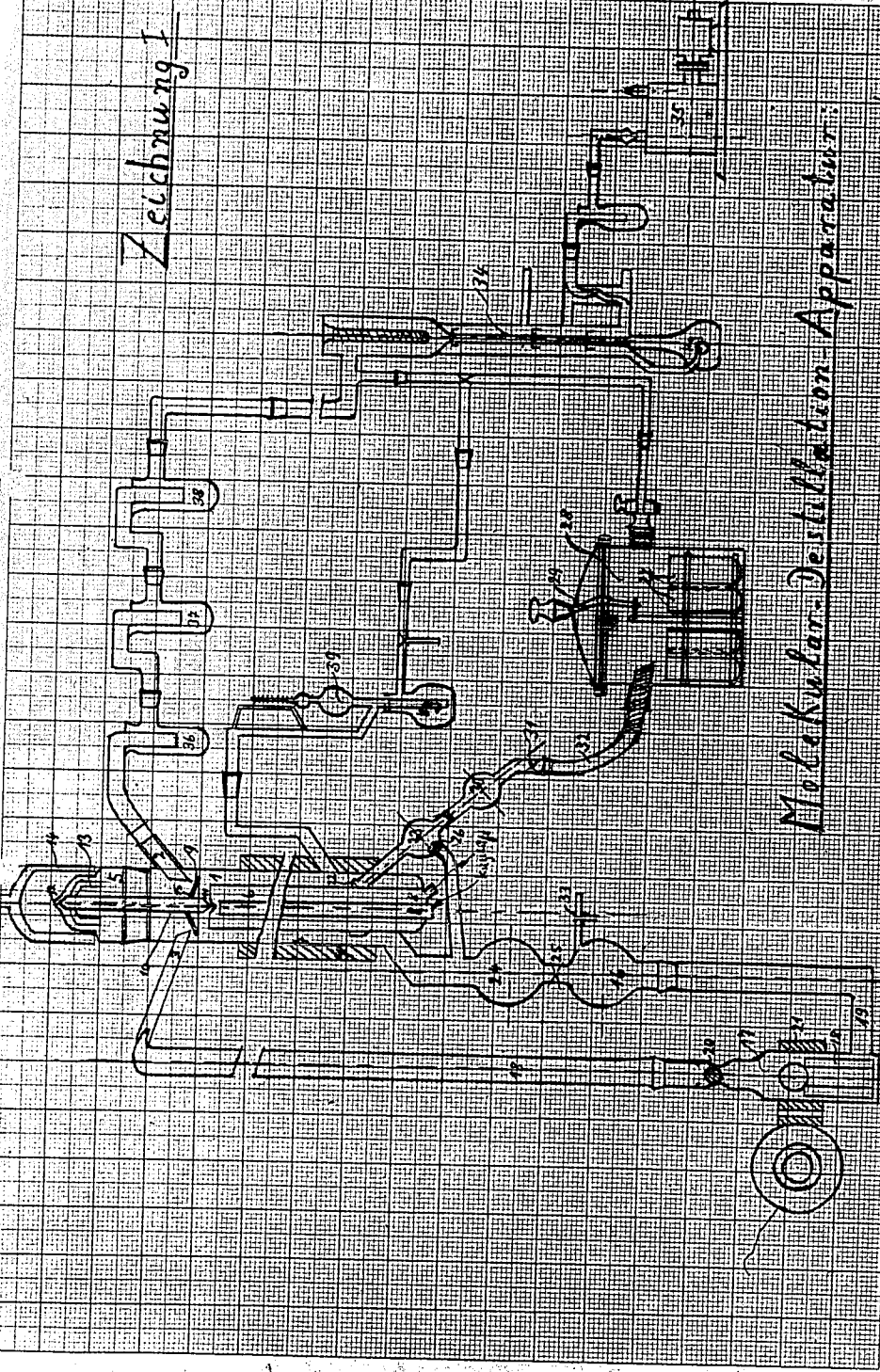
Auch Herrn Dipl.-Ing. Kümmler, der die Vergärung von Fraktionen in der Glas- und Lurgi-Destillations-Apparatur gefahren und die hierbei erhaltenen Resultate ausgewertet hat, möchten wir für seine Mühe danken.

Literaturangabe:

- 1) G.R. Burch, Proc. Roy. Soc. (London) 123 A, 271 (1929),
K.C.D. Hickman und G.R. Stanford J. physie. Chem. 24, 640
und E.W. Washburn, J. M. Braun und M. E. Hicks, (1930)
Bur. Standards J. Res. 2, 467 (1929).
- 2) K.C.D. Hickman, Ind. Engng. Chem., Ind. Edt. 29, 968, 1107
K.C.D. Hickman und E. Le B. Gray, Ind. Engng. Chem., (1937)
Ind. Edt. 30, 796 (1938),
- 3) E.W. Fawcett, Kolloid Zt. Heft 1, Bd. 86 (1939)
J. K. Hill, Science 76, 218 (1932),
R. Wittku, Ang. Chem. Jahrg. 53, 566 (1940),
- 4) K.C.D. Hickman, Ind. Engng. Chem., Ind. Edt. 29, 968, 1107
(1937)

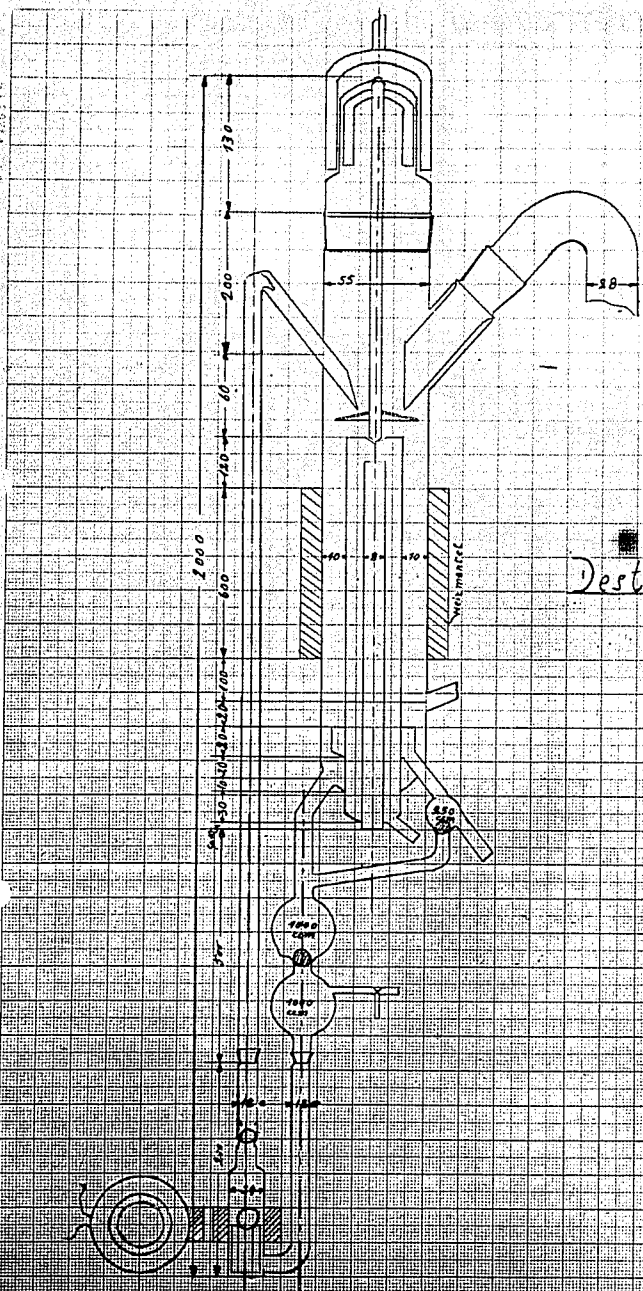
Zzeichnung I

2. Motor



Molekular- Destillations-Apparatur

Abw. 1

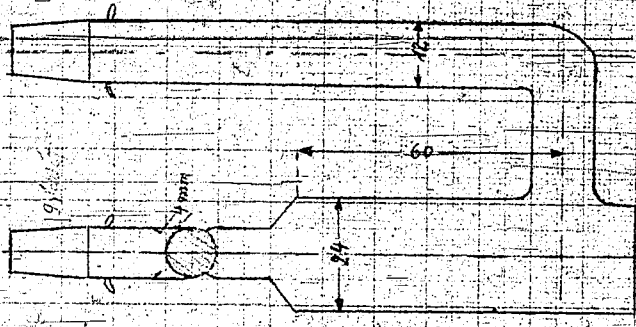


Destillations-Kolonne.

Zeichnung II.

Bussler

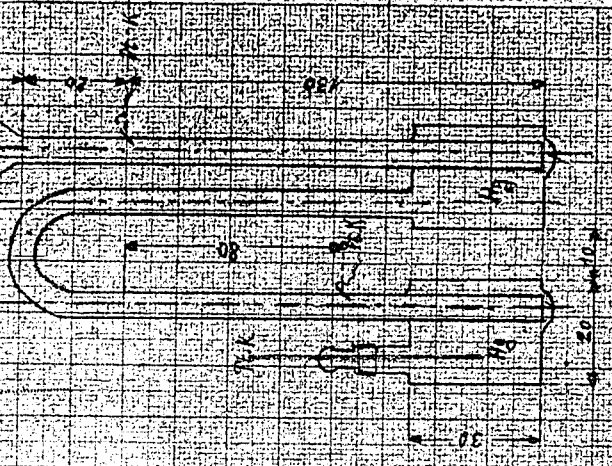
Umlauf-Pumpe



Zeichnung III

Boilerung

Zeichnung II



10/11/12

Destillationskurve mit 8

Mo. & K. Co. Dest.-Apparat

Luftig. Dest.-Apparat

Glas. Dest.-Apparat

